

**PERBANDINGAN SINTESIS N,N'-DIVANILILUREA
SECARA KONVENSIONAL DAN DENGAN BANTUAN
GELOMBANG MIKRO**



ARVIN KURNIAWATI

2433015237

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2019

**PERBANDINGAN SINTESIS N,N'-DIVANILILUREA
SECARA KONVENSIONAL DAN DENGAN BANTUAN
GELOMBANG MIKRO**

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
Memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1
Di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

OLEH:
ARVIN KURNIAWATI
2443015237

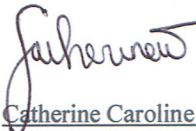
Telah disetujui pada tanggal 21 Mei 2019 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt.
NIK. 241.18.0996

Pembimbing II,



Catherine Caroline S.Si., M.Si.,
Apt.
NIK.241.00.0444

Mengetahui,
Ketua Penguji

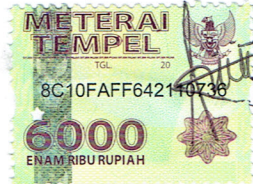


Prof. Dr. Ami Soewandi J.S., Apt.
NIK. 241.02.0542

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional dan dengan Bantuan Gelombang Mikro** untuk dipublikasi atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 21 Mei 2019



Arvin Kurniawati

2443015237

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 21 Mei 2019



Arvin Kurniawati

2443015237

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS SENYAWA N,N'-DIVANILILUREA SECARA KONVENSIONAL DAN DENGAN BANTUAN GELOMBANG MIKRO

ARVIN KURNIAWATI
2443015237

Penelitian tentang analog kurkumin telah banyak dilakukan sebelumnya. Namun, senyawa N,N'-Divanililurea yang juga merupakan analog dengan kurkumin belum pernah diteliti. Penelitian-penelitian yang telah dilakukan dari amina dengan aldehida mendukung sintesis N,N'-divanililurea ini. Oleh karena itu, dilakukan sintesis senyawa N,N'-Divanililurea ini baik secara konvensional maupun dengan menggunakan gelombang mikro. Senyawa hasil sintesis kemudian dilakukan uji kemurnian serta identifikasi struktur. Dari hasil percobaan, diketahui bahwa sintesis senyawa N,N'-Divanililurea dengan menggunakan gelombang mikro memiliki persentase rendemen sebesar 60,97% dan sintesis dengan pemanasan secara konvensional memiliki persentase rendemen sebesar 24,39%. Dari uji kemurnian dan identifikasi struktur berdasarkan data GC-MS didapatkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah isovanilin, tetapi tidak didukung dengan data IR sehingga senyawa hasil sintesis belum dapat ditentukan. Berdasarkan sintesis yang telah dilakukan, diambil kesimpulan bahwa sintesis N,N'-Divanililurea belum dapat dilakukan baik dengan menggunakan bantuan gelombang mikro maupun dengan pemanasan secara konvensional.

Kata kunci : sintesis, kondensasi imina, N,N'-Divanililurea, pemanasan, konvensional, gelombang mikro.

ABSTRACT

COMPARATIVE SYNTHESIS OF COMPOUND N, N'- DIVANILYLUREA BETWEEN CONVENTIONAL AND MICROWAVE-ASSISTED AS IRRADIATION METHODS

ARVIN KURNIAWATI
243015237

Research on analog curcumin has been done before. However, the N, N'-Divanililurea compound which is also an analogue to curcumin has never been studied. Studies carried out from amines with aldehydes support the synthesis of N, N'-divanylilurea. Therefore, this N, N'-Divanililurea compound is synthesized both conventionally and by using microwaves. The synthesized compound is then tested for purity and structure identification. From the results of the experiment, it was found that the synthesis of N compounds, N'Divanililurea using microwaves had a yield percentage of 60.97% and conventional heating synthesis had a yield percentage of 24.39%. From the purity test and structure identification based on GC-MS data, it was found that the compound formed was isovanilin, but it was not supported by IR data so that the synthesized compounds could not be determined. Based on the synthesis that has been done, it is concluded that the synthesis of N, N'-Divanililurea has not been able to be done using either microwave or conventional heating.

Keywords : synthesis, *Imine Condensation*, N,N'-Divanilililurea, conventional, microwave irradiation.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karunia-Nya, skripsi yang berjudul **“Perbandingan Sintesis N,N’-Divanililurea secara Konvensional dan dengan Bantuan Gelombang Mikro”** dapat disusun. Tujuan dari penyusunan skripsi ini adalah untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Penulis menyadari bahwa keberhasilan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan orang-orang di sekitar penulis. Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Tuhan Yang Maha Esa, yang selalu menyertai dan memberkati dari awal hingga akhir pengerjaan naskah skripsi ini,
2. Dosen Pembimbing I (Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt.) dan ibu pembimbing II (Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.) yang senantiasa bersedia meluangkan waktu dan tenaga untuk membantu proses jalannya penelitian serta mengarahkan dan membimbing penyusunan skripsi dengan sangat sabar,
3. Dosen penguji yang memberikan bimbingan serta membantu melengkapi materi penyusunan skripsi (Prof. Dr. J. S. Ami Soewandi, Apt. dan Dr. phil. nat. Elisabeth Catherina Wijayakusuma, S.Si., M.Si.),
4. Penasehat akademik (Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.) yang telah membantu persoalan-persoalan selama kuliah berlangsung,

memberi saran dan masukan mengenai perkuliahan dengan sangat perhatian,

5. Drs. Kuncoro Foe, Ph.D., G.Dip.Sc., Apt. selaku Rektor, Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D., Apt. selaku Dekan, dan Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah menyediakan fasilitas untuk pelaksanaan penelitian sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
6. Laboran yang membantu mempersiapkan alat praktikum (Pak Heri, Laboratorium Kimia Organik; Pak Dwi, Laboratorium Penelitian),
7. Kedua orang tua (Adianto dan Sri Oentari) dan saudara (Gyovanni Bernadi dan Samuel Dean) yang senantiasa mendukung, memberi semangat dan menjadi motivasi saya selama ini serta memfasilitasi segala hal yang berkaitan dengan biaya selama perkuliahan dan penelitian,
8. Teman-teman Pejuang Skripsi (William Santoso, Ryan Utama dan Maria Pierena) yang saling bekerja sama dan mendukung satu sama lain demi terselesaikannya skripsi ini.
9. Teman-teman dekat saya khususnya Vincentius Tio, The Bigos (Viona Elsha dan Fidella Regina), Michael Fendianto, Benny Hiedarto, Lanny Hiedarto, Cindy Heriyanti, Leen, Patricia Siahu, Betricia Devina serta teman kos (Elisa Novita dan Mar'atus Solikhah) yang selalu menemani, memberi masukan dan semangat selama proses perkuliahan maupun proses pengerjaan skripsi ini,
10. Teman-teman Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya angkatan 2015, yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini,

11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu
Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak agar naskah skripsi ini dapat disempurnakan. Semoga penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi kepentingan masyarakat.

Surabaya, 21 Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
BAB I : PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Penelitian	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian.....	7
1.4 Hipotesis.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	8
BAB II : TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1 Tinjauan Tentang Kurkumin dan Analognya.....	9
2.2 Tinjauan Tentang Reaksi Organik.....	10
2.3 Tinjauan Reaksi Pembentukan Imina.....	10
2.4 Tinjauan Sintesis dengan Bantuan Gelombang Mikro.....	14
2.5 Tinjauan Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	15
2.5.1 Rekristalisasi	15
2.5.2 Tinjauan Tentang Titik Leleh	16
2.5.3 Tinjauan Tentang Kromatografi Lapis Tipis	16
2.6 Tinjauan Tentang Identifikasi Senyawa.....	19
2.6.1 Tinjauan Tentang Spektroskopi Inframerah	19
2.6.2 Tinjauan Tentang Spektroskopi Resonansi Magnet Inti	21

Halaman

2.6.3	Tinjauan tentang Gas Chromatography-Mass Spektrometry	22
2.7	Tinjauan Bahan.....	23
2.7.1	Vanilin.....	23
2.7.2	Urea.....	24
2.7.3	Asam Asetat.....	25
BAB III : METODE PENELITIAN		26
3.1	Rancangan Penelitian	26
3.2	Bahan dan Alat Penelitian	26
3.2.1	Bahan	26
3.2.2	Alat.....	27
3.3	Tahapan Penelitian	27
3.4	Prosedur Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea	28
3.4.1	Metode Penelitian	28
3.4.2	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro.....	28
3.4.3	Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro	29
3.4.4	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional	30
3.4.5	Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional	30
3.5	Uji Kemurnian Hasil Sintesis	31
3.5.1	Uji Penentuan Titik Leleh Senyawa Hasil Sintesis.....	31
3.5.2	Uji Kromatografi Lapis Tipis.....	32
3.6	Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	32
3.6.1	Identifikasi Spektromotometri Senyawa.....	32
3.6.2	Perhitungan Persentase Hasil Reaksi	33

Halaman

BAB IV : HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	34
4.1 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis dengan Bantuan Gelombang Mikro	34
4.1.1 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro	34
4.2 Uji Kemurnian dan Identifikasi Senyawa Hasil Optimasi	38
4.2.1 Uji Kemurnian Senyawa Hasil Optimasi dengan Bantuan Gelombang Mikro dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	38
4.2.2 Identifikasi Senyawa dengan GC-MS	40
4.2.3 Uji Penentuan Senyawa dengan Titik Leleh	42
4.2.4 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi IR	43
4.3 Fragmentasi GC-MS Senyawa Hasil Uji.....	45
4.4 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional.....	46
4.5 Rendemen Hasil Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional.....	47
4.6 Hasil Uji KLT-Densitometri	48
BAB V : KESIMPULAN DAN SARAN	51
5.1. Kesimpulan.....	51
5.2. Saran.....	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea.....	34
Tabel 4.2. Optimasi Kondisi Reaksi terhadap Daya dan Waktu dengan Bantuan Gelombang Mikro.....	35
Tabel 4.3. Optimasi Kondisi Reaksi pada Daya 960 Watt terhadap Perbandingan Vanilin dan Urea	36
Tabel 4.4. Data nilai Rf Senyawa N,N'-Divanililurea	39
Tabel 4.5. Interpretasi Data Hasil Uji GC-MS.....	41
Tabel 4.6. Data Hasil Uji Titik Leleh.....	42
Tabel 4.7. Interpretasi Data Spektrum IR Senyawa N,N'-Divanililurea	43
Tabel 4.8. Rendemen Hasil Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro	45
Tabel 4.9. Data Hasil Optimasi Senyawa N,N'-Divanililurea dengan Metode Konvensional	49
Tabel 4.10. Rendemen Hasil Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional	47
Tabel 4.11. Data Nilai Rf Senyawa.....	49

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1. Desmetoksikurkumin	2
Gambar 1.2. Bidesmetoksikurkumin	2
Gambar 1.3. Kurkumin	2
Gambar 1.4. Reaksi Vanilin dengan Propandiamina	5
Gambar 1.5. N,N'-Divanililurea	5
Gambar 2.1. Mekanisme Reaksi Pembentukan Imina	11
Gambar 2.2. Mekanisme reaksi sintesis 3-(benzilidenamino)-2-(2- klorofenil)kuinazolin-4(3H)-on.....	12
Gambar 2.3. Reaksi Pembentukan N,N'-Divanililurea.....	14
Gambar 2.4. Struktur Senyawa Vanilin	23
Gambar 2.5. Struktur Senyawa Urea	24
Gambar 2.6. Struktur Senyawa Asam Asetat.....	25
Gambar 4.1. KLT Senyawa Hasil Sintesis pada Daya 960 watt.....	36
Gambar 4.2. Reaksi Resonansi pada Urea	38
Gambar 4.3. Mekanisme Reaksi N,N'-Divanililurea.....	38
Gambar 4.4. Hasil Uji KLT Senyawa Hasil Sintesis	39
Gambar 4.5. Spektrum Waktu Retensi Hasil Uji GC-MS	40
Gambar 4.6. Fragmen Hasil Uji GC-MS	41
Gambar 4.7. Spektrum IR Senyawa Hasil Sintesis.....	43
Gambar 4.8. Overlay IR Vanilin Senyawa Hasil Sintesis.....	44
Gambar 4.9. KLT Senyawa Hasil Sintesis secara Konvensional.....	46
Gambar 4.10. KLT Senyawa Hasil Sintesis dengan Bantuan Gelombang Mikro	48
Gambar 4.11. Spektrum Densitometri Senyawa Hasil Sintesis	49

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis Senyawa N,N'-Divanililurea secara Konvensional.....	55
Lampiran 2. Skema Kerja Sintesis Senyawa N,N'-Divaililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro.....	56
Lampiran 3. Skema Kerja Optimasi Senyawa N,N'-Divaililurea secara Konvensional.....	57
Lampiran 4. Skema Kerja Sintesis Senyawa N,N'-Divaililurea secara Konvensional.....	58
Lampiran 5. Perhitungan Rendemen N,N'-Divanililurea secara Konvensional.....	59
Lampiran 6. Perhitungan Rendemen N,N'-Divanililurea dengan Bantuan Gelombang Mikro.....	60
Lampiran 7. Spektrum IR Senyawa Hasil Uji	61
Lampiran 8. Spektrum IR Vanilin	62
Lampiran 9. Kromatogram GC-MS Senyawa Hasil Uji.....	63
Lampiran 10. Fragmentasi GC-MS Senyawa Hasil Uji	64